

Metode Spektrofotometri Untuk Pengukuran Hipoklorit Menggunakan Rhodamin B

Muhammad Ainul Fahmi dan Suprpto

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)

Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111 Indonesia

e-mail: ainul.fahmi@yahoo.com

Abstrak—Metode spektrofotometri untuk pengukuran hipoklorit menggunakan Rhodamin B dilakukan untuk mengetahui pengaruh dari hipoklorit terhadap Rhodamin B. Ion hipoklorit mengoksidasi Rhodamin B sehingga terjadi penurunan absorbansi pada kurva kalibrasi dengan nilai sensitivitas molar $-371,9$ dan koefisien korelasi (R^2) sebesar $0,9916$. Pengukuran hipoklorit menggunakan Rhodamin B tanpa penambahan reagen KI dan Buffer telah berhasil dilakukan dengan mereaksikan ion hipoklorit yang berasal dari asam hipoklorit (HOCl) terhadap Rhodamin B dengan membandingkan data dari uji F. Ion hipoklorit yang mengoksidasi Rhodamin B diukur sebagai selisih absorbansi yang diplotkan pada kurva kalibrasi dengan nilai absortivitas molar $0,0022$, koefisien korelasi (R^2) sebesar $0,9918$, limit deteksi $0,949 \mu\text{g mL}^{-1}$ dan limit kuantitasi $2,875 \mu\text{g mL}^{-1}$.

Kata Kunci—pengukuran hipoklorit, spektrofotometri, rhodamin b

I. PENDAHULUAN

Metode ekstraksi emas secara hidrometalurgi biasanya menggunakan pereaksi sianida dan merkuri. Pereaksi sianida dan merkuri memiliki tingkat toksisitas yang sangat tinggi dan perolehan emas yang didapatkan relatif sedikit yaitu lebih kecil dari 60% [1]. Oleh karena itu, digunakan alternatif pereaksi untuk menggantikan larutan sianida dan merkuri. Hasab et al., (2014) melaporkan tentang penggunaan larutan hipoklorit-ion klorida untuk pelindian emas untuk menggantikan larutan sianida dan merkuri [2]. Hal tersebut dibuktikan kembali oleh Yanuar, (2015) yang melaporkan tentang pelindian emas dengan larutan NaOCl sebagai donor hipoklorit yang dapat menghasilkan persen ekstraksi emas yang lebih besar yaitu sekitar 89% daripada penggunaan sianidasi dan amalgamasi [3].

Uji kuantitatif emas dari hasil pelindian emas dengan larutan hipoklorit dapat dilakukan dengan AAS (*Atomic Absorption Spectroscopy*), ICP (*Inductively Coupled Plasma*) dan Spektrofotometer UV-Vis. Penggunaan spektrofotometri untuk uji kuantitatif hasil pelindian emas memerlukan adanya reagen pengompleks untuk memberikan warna pada larutan hasil pelindian emas. Yanuar, (2015) melaporkan tentang penggunaan Rhodamin B untuk uji kuantitatif hasil pelindian emas pada larutan hipoklorit-klorida pada fasa air. Namun,

permasalahan terjadi ketika dilakukan uji kuantitatif terhadap larutan hasil pelindian emas dengan hipoklorit tersebut. Terdapat ion hipoklorit yang mengoksidasi Rhodamin B saat dilakukan pengujian menggunakan metode spektrofotometri. Rhodamin B teroksidasi dengan adanya ion hipoklorit sisa yang tidak bereaksi dengan emas sehingga warna dari Rhodamin B terdekolorisasi dengan adanya ion hipoklorit sehingga mengganggu pembacaan absorbansi saat pengukuran kadar emas dengan spektrofotometer UV-Vis. Oleh karena itu, perlu dilakukan uji pengaruh ion hipoklorit terhadap Rhodamin B.

Pasha dan Narayana, (2007) mengembangkan metode spektrofotometri yang cepat dan sederhana untuk pengukuran hipoklorit menggunakan Rhodamin B. Pada metode ini ditambahkan reagen KI dan buffer pH=4 pada media asam yang direaksikan dengan hipoklorit sehingga membebaskan ion iodin. Ion iodin ini digunakan untuk mendekolorisasi warna merah muda dari Rhodamin B. Pengaruh peningkatan konsentrasi hipoklorit dilaporkan dapat menurunkan absorbansi dari Rhodamin B. Penggunaan iodin ini didasarkan dari konsep iodometri yaitu seberapa banyak ion iodin (I_2) yang diproduksi dari pengoksidasian ion hipoklorit (OCl^-) terhadap ion iodat (I^-) [4]. Namun berdasarkan masalah diatas sebelumnya, bukan iodin (I_2) yang menjadi masalah karena dapat mengoksidasi Rhodamin B namun sebaliknya ion hipoklorit yang secara langsung mengoksidasi Rhodamin B. Begitu pula dengan penggunaan KI dan buffer tidak digunakan pada hasil pelindian emas menggunakan hipoklorit, dikarenakan akan membentuk kompleks baru yang tidak diinginkan pada pelindian emas dengan hipoklorit [5]. Oleh karena itu, perlu dilakukan pengukuran hipoklorit dengan Rhodamin B tanpa reagen KI dan buffer, kemudian hasil yang didapatkan dibandingkan dengan pengukuran hipoklorit menggunakan Rhodamin B dengan penambahan reagen KI dan buffer.

Pada penelitian ini akan dilakukan uji pengaruh Rhodamin B terhadap ion hipoklorit dengan metode spektrofotometri yang diukur dengan spektrofotometer UV-Vis. Penelitian ini juga akan menentukan pengukuran hipoklorit menggunakan Rhodamin B pada media HCl tanpa reagen KI dan buffer dengan metode spektrofotometri. Hasil pengukuran hipoklorit tanpa reagen KI akan dibandingkan dengan pengukuran hipoklorit dengan konsep iodometri menggunakan KI dan buffer sebagai reagen yang akan direaksikan dengan ion

hipoklorit pada pengukuran spektrofotometri dengan Rhodamin B.

II. EKSPERIMEN

A. Uji Pengaruh Hipoklorit terhadap Rhodamin B

NaOCl 10^{-2} M dipipet 1 mL ke dalam labu ukur 10 mL dan ditambahkan 2 mL HCl 10^{-3} M lalu dikocok. Kemudian ditambahkan 5 mL Rhodamin B 10^{-5} M dan ditambah aquademin hingga tanda batas. Kemudian dikocok dan ditunggu 5 menit. Setelah itu larutan dimasukkan ke dalam kuvet dan diukur absorbansi dengan scanning spektrofotometer uv-vis, blanko yang digunakan adalah aquademin. Hal yang sama dilakukan untuk variasi NaOCl 5×10^{-3} M, 10^{-3} M, 5×10^{-4} M, 10^{-4} M 5×10^{-5} M dan 10^{-5} M.

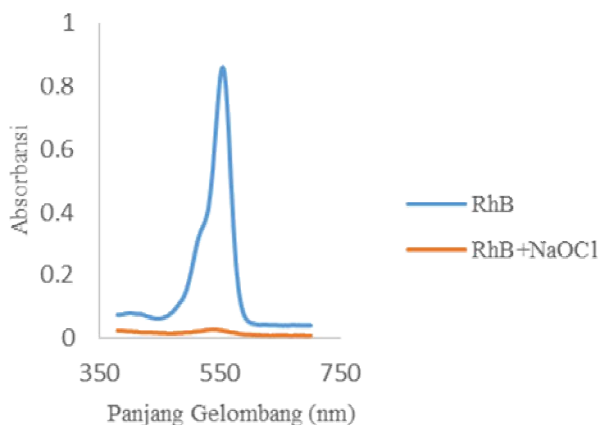
B. Pengukuran Hipoklorit dengan Rhodamin B

NaOCl 50 ppm dipipet 1 mL ke dalam labu ukur 10 mL, lalu ditambahkan 1 mL HCl 2 M dan 1 mL KI 2% lalu dikocok. Kemudian ditambahkan 0,5 mL Rhodamin B 0,05% dan 2 mL buffer pH 4 lalu ditambahkan aquademin hingga tanda batas. Kemudian dikocok dan ditunggu 2 menit. Setelah itu larutan dimasukkan ke dalam kuvet dan diukur absorbansi dengan spektrofotometri uv-vis, blanko yang digunakan adalah semua reagen selain NaOCl. Hal yang sama dilakukan untuk variasi NaOCl 40 ppm, 30 ppm, 20 ppm, 10 ppm. Lakukan kembali cara yang sama tanpa reagen buffer, tanpa reagen KI, tanpa reagen KI dan buffer.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Pengaruh Hipoklorit terhadap Rhodamin B

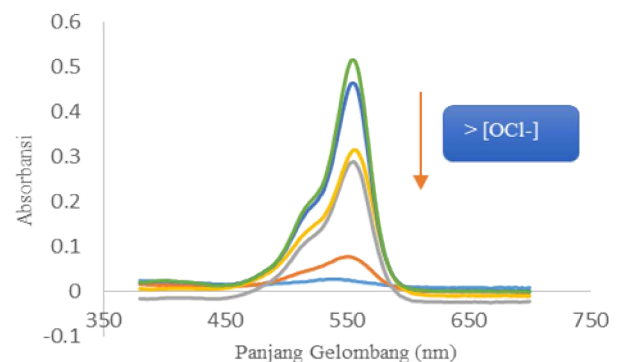
Spektra UV-Vis pada Gambar 1 menunjukkan panjang gelombang maksimum dari Rhodamin B sebesar 554 nm. Terlihat pada spektra tersebut terjadi penurunan absorbansi pada spektra Rhodamin B karena adanya penambahan ion hipoklorit pada larutan Rhodamin B. Hal tersebut menandakan adanya pengaruh ion hipoklorit terhadap Rhodamin B. Ion hipoklorit merupakan agen pengoksidasi (oksidator) sehingga Rhodamin B terdegradasi akibat teroksidasi oleh ion hipoklorit.



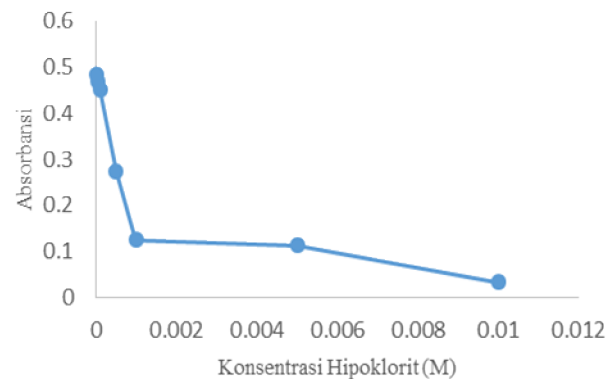
Gambar. 1. Spektra UV-Vis Rh-B dan Rh-B + NaOCl

Spektra Rhodamin B pada Gambar 2 menunjukkan penambahan ion hipoklorit (OCI^-) secara kontinu pada larutan Rhodamin B menghasilkan penurunan absorbansi yang bertahap yang membuktikan bahwa Rhodamin B sensitif terhadap ion hipoklorit. Gambar 2 merupakan grafik absorbansi Rhodamin B sisa yang menurun sebanding dengan konsentrasi hipoklorit. Disebut Rhodamin B sisa karena ion hipoklorit mengoksidasi larutan Rhodamin B yang terdapat konsentrasi NaOCl yang menjadi donor ion hipoklorit.

Terdapat linieritas antara absorbansi dan konsentrasi dari OCI^- pada range 10^{-2} - 10^{-5} M dan persamaan linearnya adalah $y = -371,9x + 0,4841$ dengan koefisien korelasi $R^2 = 0,9916$. Dari hasil tersebut membuktikan bahwa Rhodamin B dapat mendeteksi OCI^- secara kuantitatif dengan nilai sensitivitas = -371,9. Oleh karena itu, Rhodamin B dapat digunakan untuk mengukur hipoklorit menggunakan metode spektrofotometri.



Gambar. 2. Spektra Rhodamin B (10^{-5} M) pada variasi NaOCl (10^{-2} - 10^{-5} M).



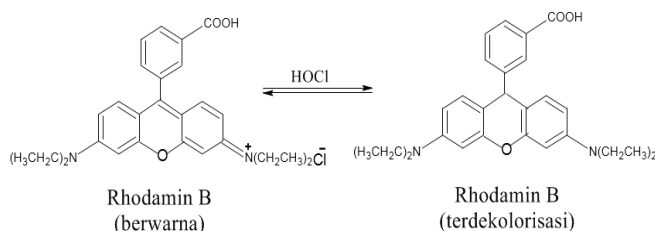
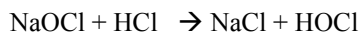
Gambar. 3. Perubahan absorbansi Rhodamin B dengan variasi NaOCl (10^{-2} - 10^{-5} M)

B. Pengukuran Hipoklorit dengan Rhodamin B

Hasil pengukuran hipoklorit menggunakan Rhodamin B didapatkan garis linear keatas pada kurva kalibrasi yang memplotkan selisih absorbansi terhadap konsentrasi hipoklorit. Koefisien korelasi ($n=5$) dan molar absorptivitas (slope) yang didapatkan masing-masing 0,9918 dan 0,0022. Limit deteksi ($D_L = 3,3\sigma/s$) dan Limit Kuantitasi ($Q_L = 10\sigma/s$) [dimana σ merupakan standar deviasi dari reagen blanko ($n=5$) dan s adalah slope dari kurva kalibrasi] untuk pengukuran hipoklorit masing-masing $0,949 \mu\text{g mL}^{-1}$ dan $2,875 \mu\text{g mL}^{-1}$.

Hasil pengukuran hipoklorit dengan menggunakan

Rhodamin B telah dibandingkan dengan menggunakan Uji F terhadap hasil pengukuran hipoklorit menggunakan Rhodamin B ditambahkan KI, Rhodamin B ditambah Buffer pH 4, dan Rhodamin B ditambahkan KI dan Buffer pH 4 dimana didapatkan semua nilai $F_{hitung} < F_{tabel}$, maka maka hipotesis H_0 diterima, sehingga variasi dari dua populasi data sama, sehingga pengukuran menggunakan Rhodamin B tanpa penambahan reagen KI terbukti bisa dilakukan untuk menghindari adanya pengaruh reagen KI dan buffer pada uji kuantitatif hasil pelindian emas dengan hipoklorit. Mekanisme reaksi yang diusulkan dari pengukuran ion hipoklorit menggunakan Rhodamin B sebagai berikut:



IV. KESIMPULAN

Adanya pengaruh hipoklorit terhadap Rhodamin B yang mengakibatkan penurunan absorbsi Rhodamin B. Pengukuran hipoklorit menggunakan Rhodamin B telah berhasil dilakukan tanpa penambahan reagen KI dan Buffer.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis menyampaikan ucapan terima kasih kepada dosen pembimbing Suprpto, Ph.D. Serta penulis menyampaikan ucapan terima kasih atas semua doa, dukungan dan bantuan yang telah diberikan kepada penulis selama proses pengerjaan penelitian dan penyelesaian jurnal ilmiah ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Widodo dan Aminuddin, (2011), "Upaya peningkatan perolehan emas dengan metode amalgamasi tidak langsung", *Buletin geologi tata lingkungan*, Vol.21, 83-96.
- [2] M. G. Hasab, F. Rashchi, and S. Raygan, (2014), "Chloride-hypochlorite leaching and hydrochloric acid washing in multi-stages for extraction of gold from a refractory concentrate", *Hydrometallurgy*, Vol.142, 56-59.
- [3] E. Yanuar, (2015), "Pelindian emas dari batuan desa hijrah kecamatan lape-sumbawa dngan dengan larutan hipoklorit-klorida", Tesis, Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- [4] C. Pasha and B. Narayana, (2007), "A facile spectrophotometric method for the determination of hypochlorite using rhodamine b", *J. Braz. Chem. Soc*, Vol.18, 167-170.
- [5] R. P. Homick, and H. Sloan, (1976), *Gold Reclamation Process*, US Paten.